

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 993 765**

51 Int. Cl.:

C11B 1/10 (2006.01)

C11B 13/00 (2006.01)

C08B 37/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.12.2017 PCT/IB2017/057565**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.06.2018 WO18100544**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.12.2017 E 17836049 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.09.2024 EP 3548591**

54 Título: **Proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos a partir de biomasa**

30 Prioridad:

02.12.2016 IT 201600122525

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

08.01.2025

73 Titular/es:

**ENI S.P.A. (100.00%)
Piazzale E. Mattei 1
00144 Roma, IT**

72 Inventor/es:

BURATTINI, MAURO

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 993 765 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos a partir de biomasa

5 La presente invención se refiere a un proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos a partir de biomasa.

Más en particular, la presente invención se refiere a un proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos a partir de biomasa que comprende: someter esta biomasa a extracción, a temperatura ambiente, en presencia de
10 al menos un solvente de bajo punto de ebullición, obtener una primera fase orgánica que comprende lípidos y solvente y una primera fase de suspensión espesa que comprende carbohidratos y proteínas; someter esta primera fase orgánica a evaporación del solvente obteniendo una segunda fase orgánica que comprende lípidos y una tercera fase orgánica que comprende solvente, que se recicla a esta extracción; someter esta primera fase de suspensión espesa a licuefacción obteniendo una segunda fase de suspensión espesa que comprende azúcares,
15 proteínas y carbohidratos no convertidos; someter esta segunda fase de suspensión espesa a separación obteniendo una fase acuosa que comprende azúcares y una fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos.

Los lípidos obtenidos de esta manera se pueden utilizar ventajosamente en la producción de biodiésel o diésel verde que se puede utilizar, a su vez, como tal, o en mezclas con otros combustibles, para el transporte automotriz. La fase acuosa que comprende azúcares y la fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos obtenidos de esta manera pueden a su vez aprovecharse.

25 Como se conoce, en la Unión Europea, para los combustibles o la producción de electricidad, es obligatorio el uso de "componentes de origen biológico".

La legislación vigente sobre biocombustibles deriva de las normas europeas "Directiva de Calidad de Combustible" (FQD 2009/30/EC) y "Directiva de Energía Renovable" (RED 2009/28/EC). Entre sus principales intervenciones, la RED 2009/28/CE impone la introducción de "componentes de origen biológico" en combustibles fósiles
30 convencionales, hasta un 10% de poder calorífico para 2020. El marco legislativo se está desarrollando: en particular, hasta la fecha, se está analizando una propuesta de enmienda RED 2009/28/CE, que tiene como objetivo introducir un límite máximo del 7% para los biocombustibles de fuentes de primera generación, es decir, derivados de fuentes en competencia con los alimentos (por ejemplo, aceite de palma, colza, soja, etc.) e introducir una cantidad mínima de "biocombustibles avanzados". Entre las materias primas identificadas como que es de
35 origen "biocombustible avanzado", hay biomasa que derivan de fuentes que no compiten con la producción de alimentos: estas biomasa se definen mejor a continuación.

Las tecnologías de tratamiento de biomasa derivadas de fuentes que no compiten con la producción de alimentos, en particular de material orgánico derivado de la recolección separada de residuos sólidos urbanos, actualmente
40 utilizados, se pueden clasificar en los siguientes cuatro tipos, de acuerdo con el producto final que se va a obtener:

- (1) sistemas de compostaje, con el propósito de producir composta orgánico de alta calidad propuesto para el sector agrícola y florícola;
- (2) sistemas de digestión anaeróbica, con el propósito de recuperación de energía, convirtiendo la fracción orgánica
45 en biogás;
- (3) sistemas de estabilización aeróbica o bioestabilización, con el propósito de pretratar la fracción orgánica a fin de minimizar los efectos negativos con relación a la presencia de sustancia putrescible en vertedero, o con la producción de una composta apta para la recuperación ambiental conocido como "Fracción Orgánica Estabilizada" (SOF) ;
- (4) tratamientos térmicos con el propósito de recuperar material y energía.

Los tratamientos térmicos (4) difieren de las tecnologías mencionadas en los puntos (1), (2) y (3), tanto en términos del producto potencialmente obtenible, como de la inversión requerida, puesto que esta última es en general mucho mayor. Los tratamientos térmicos (4) pueden incluir, por ejemplo:

- (4a) combustión, en la que la biomasa se transforma en energía;
- (4b) gasificación, en la que la biomasa se transforma en gas de síntesis;
- (4c) pirólisis, en la cual la biomasa se transforma en bioaceite;
- (4d) licuefacción, en la que la biomasa se transforma en bioaceite.

En los sistemas de compostaje y en la estabilización anaeróbica, el componente de lípido de la biomasa se pierde y se transforma en dióxido de carbono (CO₂), en los sistemas de digestión anaeróbica el componente de lípido de la biomasa se transforma en biogás, es decir, dióxido de carbono (CO₂) y metano, en tanto que los tratamientos térmicos tal como, por ejemplo, la gasificación combinada con la síntesis de Fischer-Tropsch, la pirólisis o la
60 licuefacción, permiten que el componente de lípido de la biomasa se convierta en un bioaceite (o "biocrudo") que se puede utilizar para producir "biocombustibles avanzados".

La licuefacción es uno de los tratamientos térmicos para convertir las biomásas en bioaceite cuya diferencia sustancial con respecto a los otros tratamientos térmicos mencionados anteriormente, es decir, combustión, gasificación, pirólisis, consta de llevar a cabo el tratamiento térmico directamente sobre la masa húmeda y, en general, a una temperatura más baja.

La extracción de lípidos (por ejemplo, glicéridos neutros, triglicéridos) y/o aceites vegetales, también se puede llevar a cabo a través de un proceso que contempla el uso de solvente: este proceso es, por ejemplo, ampliamente utilizado en la industria alimentaria.

El proceso mencionado anteriormente se puede aplicar tanto a mezclas sólidas como a mezclas líquidas y, en el caso de mezclas sólidas, normalmente se define como lixiviación. Este proceso contempla sustancialmente tres pasos: imbibición, disolución, transporte de los aceites vegetales y/o de los lípidos obtenidos. A nivel industrial, el proceso mencionado anteriormente se puede llevar a cabo a través de tres métodos: por inmersión, por percolación, o por un sistema mixto (es decir, inmersión y percolación). Cualquiera que sea el método que se adopte, es importante usar un solvente adecuado, puesto que la cantidad y calidad de los aceites vegetales y/o de los lípidos extraídos depende de esto. Las características óptimas para el solvente son, por ejemplo: baja polaridad, bajo punto de ebullición, bajo calor de vaporización, capacidad de no dejar residuos después de la evaporación. El solvente más comúnmente utilizado con el propósito es el n-hexano, puesto que tiene una buena relación costo/beneficio.

En general, la cantidad de aceites y/o lípidos vegetales extraídos a través del proceso mencionado anteriormente varía de acuerdo con: la concentración de sustancia grasa presente en la mezcla que se va a tratar, la calidad y cantidad del solvente utilizado, la temperatura, el número de pasos de extracción, el tiempo de contacto entre la sustancia grasa que se va a tratar/solvente y, para mezclas sólidas, el diámetro de las partículas sólidas.

Otros procesos de tratamiento de biomasa con el propósito de producir lípidos y/o bioaceites se conocen en la técnica.

Por ejemplo, la patente de Estados Unidos de América US 8,809,026 se refiere a un proceso para extraer lípidos que comprende los pasos de: i) extraer los lípidos de partes de plantas (por ejemplo, hojas, raíces, tubérculos, etc.), estas plantas se modifican genéticamente con el propósito de producir más lípidos; ii) recuperar los lípidos extraídos. Preferentemente, este proceso se lleva a cabo en presencia de un disolvente orgánico que se puede seleccionar, por ejemplo, de hexano, éter dietílico, éter de petróleo, mezcla de cloroformo/metanol, butanol, benceno, o mezclas de los mismos.

La solicitud de patente de Estados Unidos de América US 2015/0051414 se refiere a un proceso para la extracción de lípidos de una materia prima que comprende: poner en contacto una materia prima que comprende agua, lípidos y material orgánico sólido con un solvente orgánico obteniendo una mezcla en la que la distribución de tamaño de partícula ponderada en número de la materia orgánica sólida tiene una dimensión media de 1 mm o menos, y los lípidos en la mezcla están en el estado líquido; separar la mezcla obteniendo un sólido y un líquido, en donde el líquido comprende algunos de los lípidos; y remover el solvente del sólido obteniendo un producto sólido y un producto fluido, en donde el producto sólido tiene un contenido de lípidos de 20% en peso o menos. Este material orgánico sólido se puede seleccionar de materia vegetal, materia animal, algas, o una mezcla de las mismas.

La patente de Estados Unidos de América US 8,796,479 se refiere a un proceso para recuperar sebo de un material cárnico que comprende: reducir el material cárnico a forma de partículas; transportar el material cárnico continuamente a través de una cámara de proceso que contiene vapor sobrecalentado y que está sustancialmente libre de oxígeno de modo que el vapor sobrecalentado entra en contacto con las partículas del material cárnico para someter el material cárnico a vapor sobrecalentado a una temperatura por encima de 220° C durante un período de tiempo efectivo para licuar y separar del material cárnico una cantidad importante del sebo que se presenta naturalmente en este material, pero no vaporizarlo, y recuperar el sebo licuado.

La solicitud de patente de Estados Unidos de América US 2013/0075061 se refiere a un dispositivo capaz de tratar lodos y otros residuos orgánicos ricos en lípidos y proteínas a través de un proceso definido como "conversión de baja temperatura" (LTC). Este proceso es un proceso de pirólisis a baja temperatura (380 °C - 450 °C), autocatalizado por los compuestos inorgánicos contenidos en el material de partida en bruto. Este proceso permite que se obtenga aceite y carbón.

La solicitud de patente internacional WO 2013/063085 se refiere a un proceso para obtener polisacáridos y bioaceites a partir de biomasa oleaginosa (por ejemplo, algas) que comprende: i) calentar una mezcla acuosa que comprende esta biomasa oleaginosa a una primera temperatura que varía de 155 °C a 165 °C; (ii) mantener esta mezcla acuosa que comprende esta biomasa oleaginosa a esta primera temperatura durante un primer período de

tiempo que varía de 15 a 25 minutos; (iii) someter esta mezcla acuosa que comprende esta biomasa oleaginosa a separación obteniendo una fase líquida y una fase sólida; (iv) recuperar los polisacáridos de esta fase líquida; (v) calentar una mezcla acuosa que comprende esta fase sólida a una segunda temperatura que varía de 237 °C a 243 °C; (vi) mantener esta mezcla acuosa que comprende esta fase sólida a esta segunda temperatura durante un segundo período de tiempo que varía de 15 minutos a 25 minutos; y (vii) recuperar, a partir de esta mezcla acuosa que comprende esta fracción sólida, los bioaceites producidos durante estos pasos de (v) calentamiento y (vi) mantenimiento. A partir de esta fase líquida, también se pueden recuperar coproductos, tal como, por ejemplo, proteínas, polipéptidos, péptidos y azúcares.

La solicitud de patente de Estados Unidos de América US 2012/0116105 se refiere a un método para recuperar lípidos de biomasa microbiana que comprende: (i) someter la biomasa microbiana húmeda a un pretratamiento térmico de al menos 100 °C; (ii) someter esta biomasa microbiana pretratada térmicamente a extracción usando un hidrocarburo líquido, y (iii) posteriormente, recuperar un producto que contiene lípidos.

Dèniel M. et al., en "Renewable and Sustainable Energy Reviews" (2016), Vol. 54, pág. 1632-1652, describen el aprovechamiento de residuos de alimentos con el propósito de producir energía a través de un tratamiento de licuefacción. En particular, se describe el proceso de "Licuefacción Hidrotérmica" (HTL), realizado en condiciones "subcríticas" a una temperatura que varía de 250°C a 370°C y a una presión que varía de 10 MPa a 30 MPa.

Los procesos de licuefacción actualmente en las etapas de desarrollo o demostración también se conocen en la técnica. Los procesos de licuefacción caracterizados por el más alto grado de desarrollo se denominan "Tecnología para Cambiar el Mundo" (CWT, Changing World Tech) y "Actualización Hidrotérmica" (HTU, HydroThermal Upgrading).

Con ese propósito, el primer sistema a escala industrial con base en la tecnología "Changing World Tech" (CWT) desarrollado sobre la base de la patente de Estados Unidos de América US 5,269,947, se construyó en Carthage (Missouri), y pudo tratar 200 t/día - 250 t/día de desechos derivados de la industria de procesamiento de pavo, transformándolo en diesel, productos fertilizantes y carbón. Este sistema ha sufrido numerosas paradas y nunca ha alcanzado su plena capacidad operativa. En 2009, la empresa propietaria del sistema se declaró en quiebra (sitio web <http://www.treehugger.com/corporate-responsibility/bad-economy-production-problems-gobble-turkey-diesel-company.html>). En 2011, el sistema comprado por una empresa canadiense, Ridgeline Energy Services, se relanzó, continuó operando durante un par de años (sitio web <http://www.carthagepress.com/article/20130416/NEWS/130419181>) y entonces se detuvo debido a que se estaba ejecutando con pérdidas (sitio web http://pdfserver.amlaw.com/cli/affidavit/oca_affidavit_650841_2013_311.pdf). El escrito presentado en el Tribunal de Nueva York el 16 de enero de 2015 (sitio web http://pdfserver.amlaw.com/cli/affidavit/oca_affidavit_650841_2013_311.pdf), contiene los detalles de los aspectos de gestión y técnicos relacionados con el sistema y los problemas técnicos incluyen (ver pág. 6) el hecho de que el bioaceite producido por el sistema creó problemas para los usuarios finales de este bioaceite (es decir, Erving Paper Company, APAC e Omega Proteins), sustancialmente debido a su naturaleza corrosiva.

Numerosas otras publicaciones describen la tecnología antes mencionada "Changing World Tech" (CWT): sobre ese punto, se puede citar un estudio realizado en 2009 por Miller G.: "Suministro de energía - Producción de combustible a partir de residuos agrícolas y animales" (sitio web www.osti.gov/scitech/servlets/purl/950036) en el que, en la pág. 20, se proporciona una figura sobre la acidez del bioaceite [TAN ("Número de ácido total") igual a 113], destacando cómo los problemas relacionados con la naturaleza corrosiva de un fluido a menudo se relacionan con la acidez del mismo. También se alcanzó un alto grado de desarrollo por la tecnología "HydroThermal Upgrading" (HTU) de Shell, que se describió en publicaciones que datan de la década de 1980, como, por ejemplo, Goudriaan F. et al, en: "Liquid fuels from biomass via a hydrothermal process", Chemical Engineering Science (1990), Vol. 45(8), pág. 2729-2734. Esta tecnología experimentó una reurbanización sustancial hacia finales de la década de 1990 logrando alcanzar la escala de planta piloto en 2004, capaz de tratar 100 kg/h de biomasa como se describe, por ejemplo, por Jansen P. en: "Innovative biofuel production processes: Fischer-Tropsch synthesis and Hydro Thermal Upgrading", EU-China workshop on liquid biofuel, Pekín, 4-5 de noviembre de 2004 (sitio web http://ec.europa.eu/research/energy/pdf/35-peter_jansen_en.pdf). Con relación a esta tecnología "HydroThermal Upgrading" (HTU), Jansen P. también describe en la misma las siguientes condiciones de operación:

- temperatura: 300 °C - 350 °C;
- tiempo de reacción: 5 minutos - 20 minutos;

en la presencia de agua.

Una experiencia paralela es también esa de la empresa SCF Technologies, que desarrolló el proceso "CatLiq" para transformar residuos orgánicos en bioaceite, que cerró en 2011. Una empresa de reciente creación, Steeper Energy, ha retomado este proceso, instalando una planta piloto de licuefacción en Dinamarca en la Universidad de Aalborg, que opera a través de la tecnología patentada "Hydrofaction^{MR}", capaz de transformar residuos orgánicos

de bajo valor energético en productos de alto valor energético, operando en condiciones de agua "supercríticas" (como se reporta en el sitio web <http://steeperenergy.com/hydrofaction>). WO2015075630A1 divulga un proceso para la extracción de lípidos y azúcares a partir de biomasa de algas, que comprende: producir una suspensión acuosa de biomasa de algas; llevar el pH de la suspensión acuosa de biomasa de algas a un valor mayor que o igual a 10, obtener una suspensión acuosa de biomasa de algas a pH básico; adicionar al menos un floculante aniónico a la suspensión acuosa de biomasa de algas a pH básico obteniendo una biomasa de algas concentrada; recuperar la biomasa de algas concentrada; someter la biomasa de algas concentrada a extracción de los lípidos obteniendo: (i) una fase orgánica que comprende lípidos; (ii) una fase semisólida que comprende un residuo de esta biomasa de algas; someter la fase semisólida (ii) a hidrólisis obteniendo azúcares. Los lípidos obtenidos de esta manera se pueden utilizar en la producción de biodiesel o diésel verde que se puede utilizar como tal, o en una mezcla con otros combustibles para vehículos de motor. Los azúcares obtenidos de esta manera se pueden utilizar como fuentes de carbono en procesos de fermentación para la producción de lípidos y también para la producción de alcoholes (por ejemplo, etanol, butanol), que se pueden utilizar como biocombustibles para vehículos de motor o como componentes que se pueden adicionar a los combustibles para vehículos de motor. Sin embargo, los procesos reportados anteriormente pueden tener algunos inconvenientes. Por ejemplo, las altas temperaturas y presiones a las que operan requieren el uso de equipos especiales, en general hechos de aleaciones metálicas especiales, capaces de operar a estas altas temperaturas y en particular a estas altas presiones, y alto consumo de energía, con el incremento consiguiente en los costos de producción. Además, cuando se opera a altas temperaturas, los lípidos, en particular los triglicéridos, no son estables y no se pueden recuperar como tales. De hecho, en general, durante la licuefacción, la biomasa se somete a un tratamiento térmico como se informó anteriormente y la conversión tiene lugar a través de un proceso de múltiples fases para la formación y presencia simultánea de una fase gaseosa, rica en gases ácidos [por ejemplo, dióxido de carbono (CO₂), ácido sulfúrico (H₂S)], una fase acuosa, una fase orgánica u oleosa que consta de bioaceite y una fase sólida que consta de residuos de carbono e inorgánicos. El sistema multifásico es muy complejo y reactivo debido a la probable presencia de radicales libres generados por la fisión homolítica y provocados por las altas temperaturas. Inevitablemente, cada componente individual presente en la biomasa de partida experimenta transformaciones (por ejemplo, desaminación, descarboxilación, hidrólisis, etc.), fisionamientos y consiguientes reordenamientos para formar productos de nitrógeno (por ejemplo, amidas, nitrilos, etc.), ésteres y compuestos aromáticos. Los carbohidratos se van a considerar por separado los cuales, en un ambiente altamente reactivo, se descomponen totalmente para formar ácidos, alcoholes y residuos de carbono con una estructura poliaromática cuya relación carbono/hidrógeno tiende a la unidad. El residuo, más similar a la fase orgánica u oleosa, hace que la fase de separación de aceite/agua/residuo posterior sea extremadamente crítica, puesto que la viscosidad del fluido orgánico incrementa exponencialmente, lo que compromete la operación normal de algunos equipos, incluidos los filtros. Este problema es aún más marcado cuanto más alto es el contenido de carbohidratos en la biomasa de partida. Además del problema técnico/de gestión destacado, también existe el problema debido al hecho de que las fases separadas contienen combinaciones de componentes derivados de lípidos, proteínas y carbohidratos y esto reduce su posibilidad de uso y el aprovechamiento correcto. Por lo tanto, el solicitante se propuso resolver el problema de encontrar un proceso que permita la producción de lípidos y otros compuestos orgánicos, en particular azúcares y proteínas, a partir de biomasa, capaz de superar los inconvenientes mencionados anteriormente.

El solicitante ha descubierto ahora que la producción de lípidos y otros compuestos orgánicos, en particular azúcares y proteínas a partir de biomasa, se puede llevar a cabo ventajosamente a través de un proceso que comprende: someter esta biomasa a extracción, a temperatura ambiente, en la presencia de al menos un solvente de bajo punto de ebullición, obteniendo una primera fase orgánica que comprende lípidos y solvente, y una primera fase de suspensión espesa que comprende carbohidratos y proteínas; someter esta primera fase orgánica a evaporación del solvente, obteniendo una segunda fase orgánica que comprende lípidos y una tercera fase orgánica que comprende solvente, que se recicla a esta extracción; sometiendo esta primera fase de suspensión espesa a licuefacción obteniendo una segunda fase de suspensión espesa que comprende azúcares, proteínas y carbohidratos no convertidos; sometiendo esta segunda fase de suspensión espesa a separación, obteniendo una fase acuosa que comprende azúcares y una fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos.

Los lípidos obtenidos de esta manera se pueden utilizar ventajosamente en la producción de biodiésel o diésel verde que se puede utilizar, a su vez, como tal, o en mezclas con otros combustibles, para el transporte automotriz. La fase acuosa que comprende azúcares y la fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos obtenidos de esta manera pueden a su vez aprovecharse. Por ejemplo, la fase acuosa que comprende azúcares, con una alta DQO ("Demanda Química de Oxígeno") y alta biodegradabilidad, se puede utilizar en la digestión anaeróbica para producir biogás, o en la fermentación para producir microorganismos que, a su vez, pueden producir lípidos, o etanol. La fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos se puede tratar adicionalmente con el propósito de producir proteínas para usarse en zootecnia para producir alimento, o biogás y bioaceite para usarse para producir energía y biocombustibles.

Por lo tanto, la presente materia de la presente invención es un proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos a partir de biomasa tal como se reivindica en la reivindicación 1 y que comprende los siguientes pasos:

(a) someter esta biomasa a extracción, a temperatura ambiente, en la presencia de al menos un solvente de bajo punto de ebullición, obteniendo de esta manera una primera fase orgánica que comprende lípidos y solvente, y una primera fase de suspensión espesa que comprende carbohidratos y proteínas;

(b) someter la primera fase orgánica obtenida en este paso (a) a evaporación del solvente, obteniendo una segunda fase orgánica que comprende lípidos y una tercera fase orgánica que comprende solvente, que se recicla al paso (a);

(c) someter la primera fase de suspensión espesa obtenida en este paso (a) a licuefacción que opera a una temperatura que varía de 100 °C a 200 °C, preferentemente que varía de 110 °C a 180 °C, a una presión mayor que la presión de vapor de agua a la temperatura a la que se lleva a cabo esta licuefacción, durante un tiempo que varía de 30 minutos a 300 minutos, preferentemente que varía de 50 minutos a 270 minutos, obteniendo de esta manera una segunda fase de suspensión espesa que comprende azúcares, proteínas y carbohidratos no convertidos;

(d) someter la segunda fase de suspensión espesa obtenida en este paso (c) a separación, obteniendo una fase acuosa que comprende azúcares y una fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos.

Con el propósito de la presente descripción y de las siguientes reivindicaciones, las definiciones de los intervalos numéricos siempre incluyen los extremos salvo que se especifique lo contrario.

Con el propósito de la presente descripción y de las siguientes reivindicaciones, el término "que comprende" también incluye los términos "que consta esencialmente de" o "que consta de". Con el propósito de la presente descripción y de las siguientes reivindicaciones, el término "fase de suspensión espesa" indica una mezcla fluida de agua con sólidos en suspensión (por ejemplo, carbohidratos y proteínas).

Con el propósito de la presente descripción y de las siguientes reivindicaciones, el término "otros compuestos orgánicos" significa principalmente carbohidratos y proteínas.

Con el propósito de la presente descripción y de las siguientes reivindicaciones, el término "biomasa" indica:

- residuos sólidos municipales que se pueden seleccionar, por ejemplo, de: material orgánico que se deriva de la recolección separada de residuos, material orgánico seleccionado de residuos sólidos municipales mixtos, o mezclas de los mismos; o mezclas de este material orgánico con podas y/o residuos agrícolas;
- lodo primario y biológico producido en plantas de purificación de aguas residuales;
- residuos y/o desperdicios que se derivan de actividades agrícolas y/o zootécnicas;
- residuos y/o desperdicios que se derivan de la industria agroalimentaria;
- residuos y/o desperdicios que se derivan de procesos agrícolas, forestación y/o silvicultura;
- microalgas y/o macroalgas;
- cianobacterias;
- o mezclas de los mismos.

Con el propósito de la presente descripción y de las siguientes reivindicaciones, el término "temperatura ambiente" indica una temperatura que varía de 20 °C a 25 °C.

Con el propósito de la presente descripción y de las siguientes reivindicaciones, el término "solvente de bajo punto de ebullición" indica un solvente que tiene un punto de ebullición menor o igual a 150 °C.

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, este paso de extracción (a) se puede llevar a cabo durante un tiempo que varía de 2 horas a 12 horas, preferentemente que varía de 3 horas a 10 horas.

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, el solvente de bajo punto de ebullición utilizado en este paso (a) se puede seleccionar, por ejemplo, de: hidrocarburos alifáticos tal como, por ejemplo, *n*-pentano, *n*-hexano, *n*-heptano, *n*-octano, queroseno, o mezclas de los mismos; hidrocarburos aromáticos tal como, por ejemplo, tolueno, xileno, o mezclas de los mismos; cetonas tal como, por ejemplo, acetona, metiletilcetona, o mezclas de los mismos; ésteres tal como, por ejemplo, acetato de etilo, acetato de propilo, o mezclas de los mismos; hidrocarburos halogenados tal como, por ejemplo, diclorometano, cloroformo, o mezclas de los mismos; o mezclas de los mismos. Se prefieren *n*-hexano, acetona, diclorometano, o mezclas de los mismos. Se prefieren particularmente *n*-hexano, mezcla de *n*-hexano/acetona (1/1, v/v), mezcla de *n*-hexano/xileno (1/1, v/v), diclorometano.

Opcionalmente, esta biomasa se puede someter a pretratamientos antes de someterse a este paso de extracción (a).

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, esta biomasa se puede tratar al someterla a un

proceso preliminar de homogeneización, molienda o dimensionamiento, antes de someterse a este paso de extracción (a).

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, esta biomasa está húmeda. Preferentemente, esta biomasa puede tener un contenido de agua mayor o igual a 50% en peso, preferentemente en el intervalo de 55% en peso a 90% en peso, con respecto al peso total de esta biomasa.

De acuerdo con una realización adicional de la presente invención, esta biomasa se puede someter a un proceso de deshidratación preliminar.

Por lo tanto, la materia adicional de la presente invención es un proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos a partir de biomasa tal como se reivindica en la reivindicación 6 y que comprende:

(a₁) someter esta biomasa a un proceso de deshidratación que opera a una temperatura que varía de 30 °C a 60 °C, preferentemente que varía de 35 °C a 55 °C, a una presión que varía de 0,005 mPa (50 mbar) a 0,1 mPa (1 bar), preferentemente que varía de 0,008 mPa (80 mbar) a 0,015 mPa (150 mbar), durante un tiempo que varía de 1 hora a 48 horas, preferentemente que varía de 12 horas a 24 horas, obteniendo una biomasa deshidratada;

(a₂) someter esta biomasa deshidratada a extracción, a temperatura ambiente, en la presencia de al menos un solvente de bajo punto de ebullición, obteniendo de esta manera una primera fase orgánica que comprende lípidos y solvente, y una fase sólida deshidratada que comprende carbohidratos y proteínas;

(b₁) someter la primera fase orgánica obtenida en este paso (a₂) a evaporación del solvente, obteniendo una segunda fase orgánica que comprende lípidos y una tercera fase orgánica que comprende solvente, que se recicla al paso (a₂);

(c₁) someter la fase sólida deshidratada obtenida en este paso (a₂), después de adicionar agua en una cantidad tal como para obtener una concentración de agua que varía de 50% en peso a 90% en peso, preferentemente que varía de 60% en peso a 80% en peso, con respecto al peso total de esta fase sólida deshidratada, obteniendo una primera fase de suspensión espesa, en licuefacción que opera a una temperatura que varía de 100 °C a 200 °C, preferentemente que varía de 110 °C a 180 °C, a una presión mayor que la presión de vapor de agua a la temperatura a la que se lleva a cabo esta licuefacción, durante un tiempo que varía de 30 minutos a 300 minutos, preferentemente que varía de 50 minutos a 270 minutos, obteniendo una segunda fase de suspensión espesa que comprende azúcares, proteínas y carbohidratos no convertidos;

(d₁) someter la segunda fase de suspensión espesa obtenida en este paso (c₁) a separación, obteniendo una fase acuosa que comprende azúcares y una fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos.

Se debe observar que con el propósito de la presente invención, el paso de deshidratación mencionada anteriormente (a₁) se lleva a cabo durante el tiempo necesario para llevar la biomasa a un peso constante con el paso del tiempo.

Con el propósito de la presente invención, este paso de extracción (a₂) se lleva a cabo en las mismas condiciones de operación que este paso de extracción (a) y el solvente de bajo punto de ebullición utilizado se selecciona de aquellos mencionados anteriormente.

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, esta biomasa se puede tratar al someterla a un proceso preliminar de homogeneización, molienda o dimensionamiento, antes de someterse a este paso de deshidratación (a₁).

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, este paso de evaporación (b) y este paso de evaporación (b₁) se pueden llevar a cabo a una temperatura que varía de 30 °C a 60 °C, preferentemente que varía de 35 °C a 55 °C, a una presión que varía de 0,005 mPa (50 mbar) a 0,1 mPa (1 bar), preferentemente que varía de 0,008 mPa (80 mbar) a 0,015 mPa (150 mbar), durante un tiempo que varía de 1 hora a 48 horas, preferentemente que varía de 12 horas a 24 horas.

Preferentemente, los lípidos comprendidos en la segunda fase orgánica obtenida en este paso de evaporación (b) o en este paso de evaporación (b₁) son triglicéridos, más preferentemente ésteres de glicerol con ácidos grasos que tienen de 14 a 24 átomos de carbono tal como, por ejemplo, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido oleico, ácido α -linoleico, en cantidades mayores que o iguales a 80% en peso, preferentemente mayores que o iguales a 90% en peso, con respecto al peso total de los lípidos. Otros lípidos que pueden estar presentes en esta segunda fase orgánica son: fosfolípidos, monoglicéridos, diglicéridos, ácidos grasos libres, o mezclas de los mismos.

Los lípidos obtenidos de acuerdo con el proceso de la presente invención se pueden someter a esterificación en la presencia de al menos un alcohol que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, preferentemente metanol, etanol y al menos un catalizador ácido o básico, a fin de producir glicerol y ésteres de alquilo, en particular ésteres de metilo o ésteres de etilo (biodiesel). Alternativamente, estos lípidos pueden someterse a hidrogenación/desoxigenación en la presencia de hidrógeno y de al menos un catalizador para producir diésel verde. LOS procesos de

hidrogenación/desoxigenación se conocen en la técnica y se describen, por ejemplo, en la solicitud de patente europea EP 1,728,844.

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, este paso de licuefacción (c) y este paso de licuefacción (c₁) se pueden llevar a cabo en la presencia de al menos un ácido inorgánico tal como, por ejemplo, ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, o mezclas de los mismos. Preferentemente, este ácido inorgánico se puede adicionar a esta primera fase de suspensión espesa obtenida en este paso de extracción (a) o a esta primera fase de suspensión espesa obtenida después de adicionar agua a esta fase sólida deshidratada obtenida en este paso de extracción (a₂), en una cantidad que varía de 0,5% en peso a 2% en peso, preferentemente que varía de 0,8% en peso a 1,5% en peso, con respecto al peso total de esta primera fase de suspensión espesa.

Este paso de licuefacción (c) y este paso de licuefacción (c₁) se pueden llevar a cabo en reactores de licuefacción conocidos en la técnica, por ejemplo, autoclaves, reactores tubulares, reactores agitados, reactores con recirculación interna o externa.

Este paso de licuefacción (c) y este paso de licuefacción (c₁) se pueden llevar a cabo al operar en diferentes modos tal como, por ejemplo, "lote", "semidiscontinuo" o modo continuo, preferentemente en modo continuo.

En tanto que la energía térmica requerida en este paso de licuefacción (c) y en este paso de licuefacción (c₁) se puede derivar de manera total o parcialmente de la recuperación de calor o de la combustión de portadores de energía tradicionales, por ejemplo, gas metano, GLP, aceite mineral, carbón, etc., no se excluye que la energía térmica se pueda derivar de otras fuentes renovables tal como, por ejemplo, solar, biomasa, o de combustibles que se derivan de biomasa tal como, por ejemplo, biogás, biometano, gas de síntesis, bio-líquidos, bio-sólidos.

Este paso de separación (d) y este paso de separación (d₁) se pueden llevar a cabo a través de técnicas conocidas en el estado de la técnica tal como, por ejemplo, separación gravitacional (por ejemplo, sedimentación, decantación), filtración, centrifugación. Preferentemente, esta segunda fase de suspensión espesa que comprende azúcares, proteínas y carbohidratos no convertidos, se somete a separación gravitacional (por ejemplo, sedimentación, decantación) o centrifugación.

Con el propósito de producir proteínas, la fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos obtenida en este paso de separación (d) o en este paso de separación (d₁) se puede someter a deshidratación, obteniendo una fase sólida deshidratada que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos.

De acuerdo con una realización adicional de la presente invención, este proceso puede comprender someter la fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos obtenidos en este paso de separación (d) o en este paso de separación (d₁) a deshidratación.

Esta deshidratación se puede llevar a cabo a través de técnicas conocidas tal como, por ejemplo, secado en hornos estáticos, en hornos de cinta transportadora, en hornos rotativos, o a través de secado al vapor. Con el propósito de producir bioaceite, la fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos obtenidos en este paso de separación (d) o en este paso de separación (d₁) se puede someter a licuefacción [paso (e)].

Este paso de licuefacción (e) se puede llevar a cabo en reactores de licuefacción conocidos en la técnica tal como, por ejemplo, autoclaves, reactores tubulares, reactores agitados, reactores con recirculación interna o externa.

De acuerdo con una realización adicional de la presente invención, este proceso puede comprender (e) someter la fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos obtenidos en este paso de separación (d) o en este paso de separación (d₁) a licuefacción al operar a una temperatura que varía de 220 °C a 350 °C, preferentemente que varía de 230 °C a 320 °C, incluso más preferentemente que varía de 240 °C a 310 °C, a una presión mayor que la presión de vapor de agua a la temperatura a la que se lleva a cabo esta licuefacción durante un tiempo que varía de 30 minutos a 300 minutos, preferentemente que varía de 50 minutos a 270 minutos, obteniendo una mezcla que incluye una fase oleosa que consta de bioaceite, una fase sólida (es decir, residuo), una fase acuosa y una fase gaseosa, compuesta principalmente de dióxido de carbono (CO₂).

Se debe observar que para el proceso de acuerdo con la presente invención, antes de someter esta fase sólida húmeda a este paso de licuefacción (e), se le puede agregar agua en una cantidad tal que se obtenga una concentración de agua que varía de 50% en peso a 90% en peso, preferentemente que varía de 60% en peso a 80% en peso, con respecto al peso total de esta fase sólida húmeda.

En tanto que la energía térmica requerida en este paso de licuefacción (e) se puede derivar de manera total o parcialmente de la recuperación de calor o de la combustión de portadores de energía tradicionales, por ejemplo, gas metano, GLP, aceite mineral, carbón, etc., no se excluye que la energía térmica se pueda derivar de otras fuentes renovables tal como, por ejemplo, solar, biomasa, o de combustibles que se derivan de biomasa tal como, por ejemplo, biogás, biometano, gas de síntesis, bio-líquidos, bio-sólidos.

La fase oleosa, la fase sólida y la fase acuosa incluidas en la mezcla obtenida en este paso de licuefacción (e), se pueden separar a través de técnicas conocidas en el estado de la técnica tal como, por ejemplo, separación gravitacional (por ejemplo, sedimentación, decantación), filtración, centrifugación. Preferentemente, estas fases se separan por separación gravitacional (por ejemplo, sedimentación, decantación), o por centrifugación.

Con respecto a la fase gaseosa, las operaciones son como sigue. Esta fase gaseosa, que es igual a aproximadamente 4% en peso - 25% en peso con respecto al peso (peso seco) de esta fase sólida húmeda, se compone principalmente de dióxido de carbono (aproximadamente 80% en mol - 98% en mol) y de una mezcla de hidrocarburos que tiene de 1 a 4 átomos de carbono tal como, por ejemplo, metano, etano, etileno, propano, propileno, buteno, u otros gases tal como, por ejemplo, monóxido de carbono, hidrógeno, ácido sulfúrico, alquil-tioéteres, tioles, otros compuestos de azufre (aproximadamente 2% en mol - 20% en mol). Esta fase gaseosa, después de la separación, que se puede llevar a cabo, por ejemplo, por despresurización de la reacción de licuefacción en la que este paso de licuefacción (e) se lleva a cabo antes de enviar la mezcla obtenida (fase oleosa + fase sólida + fase acuosa) en este paso de licuefacción (e) para la separación, en general se envía para un tratamiento adicional a fin de aprovechar su componente orgánico combustible y hacerlo compatible para su liberación a la atmósfera.

Se debe observar que la fase sólida obtenida después de la separación de la mezcla obtenida en este paso de licuefacción (e), que en general comprende cenizas y sustancias inertes (estas cenizas y sustancias inertes que comprenden, por ejemplo, carbonatos y fosfatos mixtos de calcio, sodio y magnesio, óxidos de hierro, sílice y residuos orgánicos de naturaleza carbonosa), de acuerdo con el uso final del bioaceite y del proceso de transformación al que se somete, tampoco se puede separar de la mezcla obtenida en este paso de licuefacción (e). Por ejemplo, en el caso en el que este bioaceite se somete a hidrotratamiento a través de EST ("Tecnología de Suspensión espesa de Eni"), descrito en detalle en las siguientes solicitudes de patente italianas: MI95A001095, MI2001A001438, MI2002A002713, MI2003A000692, MI2003A000693, MI2003A002207, MI2004A002445, MI2004A002446, MI2006A001512, MI2006A001511, MI2007A001302, MI2007A001303, MI2007A001044, MI2007A001045, MI2007A001198, MI2008A001061, no es necesario separar esta fase sólida y por lo tanto sólo se separa la fase acuosa, al operar como se describe anteriormente.

La fase acuosa obtenida después de la separación de la mezcla obtenida en este paso de licuefacción (e) comprende parte del material orgánico incluido en esta fase sólida húmeda. En general, esta fase acuosa puede tener un contenido de material orgánico mayor que o igual a 2% en peso, preferentemente que varía de 5% en peso a 15% en peso, con respecto al peso total de esta fase acuosa, equivalente a una conversión que varía de 15% en peso a 50% en peso con respecto al peso (peso seco) de la fase sólida húmeda sometida a licuefacción en el paso (e) mencionado anteriormente. Preferentemente, este paso acuoso se recicla a este paso de licuefacción (e).

El bioaceite obtenido a través del paso de licuefacción (e) mencionado anteriormente se puede enviar a los pasos de procesamiento posteriores con el propósito de transformarlo, por ejemplo, en biocombustible, a través de tratamientos de mejora conocidos en la técnica tal como, por ejemplo, hidrogenación, desoxigenación, pirólisis catalítica a presión en atmósfera de hidrógeno, pirólisis catalítica a presión, hidrotratamiento llevado a cabo a través de la EST ("Tecnología de Suspensión espesa de Eni") mencionada anteriormente.

Con el propósito de producir biogás, la fase acuosa que comprende azúcares obtenidos en este paso de separación (d) o en este paso de separación (d₁) se puede someter a tratamiento biológico [paso (f)]

De acuerdo con una realización adicional de la presente invención, este proceso puede comprender (f) someter la fase acuosa que comprende azúcares obtenidos en este paso de separación (d) o en este paso de separación (d₁) a tratamiento biológico, preferentemente a digestión anaeróbica, obteniendo biogás, agua y lodo. El agua y el lodo obtenidos se pueden enviar para su tratamiento posterior. Por ejemplo, el agua se puede enviar para tratamiento de digestión anaeróbica con el propósito de completar la remoción de las sustancias orgánicas aún presentes, y posteriormente enviarse a uno o más pasos de filtración con el propósito de remover los sólidos suspendidos restantes. El lodo, en cambio, se puede enviar a un paso de espesamiento y, entonces, a un paso de deshidratación, y entonces aprovechar, por ejemplo, como fertilizante.

La presente invención se ilustrará ahora en más detalle a través de algunas realizaciones con referencia a las figuras 1-3 reportadas a continuación.

La figura 1 representa una primera realización del proceso de acuerdo con la presente invención. Con ese propósito, los residuos sólidos municipales (RSU) (corriente 1) se someten a extracción con solvente, a temperatura ambiente, en la presencia de al menos un solvente de bajo punto de ebullición (corriente 2), obteniendo de esta manera una primera fase orgánica que comprende lípidos y solvente (corriente 4), y una primera fase de suspensión espesa que comprende carbohidratos y proteínas (corriente 3). Esta primera fase orgánica que comprende lípidos y solvente (corriente 4) se somete a la evaporación del solvente obteniendo una segunda fase orgánica que comprende lípidos (corriente 7) y una tercera fase orgánica que comprende solvente

(corriente 5) que se recicla a la extracción con solvente. Esta primera fase de suspensión espesa que comprende carbohidratos y proteínas (corriente 3) se somete a licuefacción obteniendo una segunda fase de suspensión espesa que comprende azúcares, proteínas y carbohidratos no convertidos (corriente 6) que se somete a separación obteniendo una fase acuosa que comprende azúcares (corriente 8) (indicada en la Figura 1 como "Aguas azucaradas") y una fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos (corriente 9). Esta fase sólida húmeda que comprende proteínas e hidratos de carbono no convertidos (corriente 9) se somete a deshidratación obteniendo una fase sólida deshidratada que comprende proteínas e hidratos de carbono no convertidos (corriente 10) (indicada en la figura 1 como "Proteínas"). Esta segunda fase orgánica que comprende lípidos (corriente 7) se puede enviar a fases de procesamiento posteriores para transformar los lípidos contenidos en la misma, por ejemplo, en biodiésel o diésel verde a través de tratamientos, por ejemplo, esterificación o hidrogenación/desoxigenación (no mostrados en la figura 1).

La figura 2 representa una segunda realización del proceso de acuerdo con la presente invención. Con ese propósito, los residuos sólidos municipales (RSU) (corriente 1) se someten a extracción con solvente, a temperatura ambiente, en la presencia de al menos un solvente de bajo punto de ebullición (corriente 2), obteniendo de esta manera una primera fase orgánica que comprende lípidos y solvente (corriente 4), y una primera fase de suspensión espesa que comprende carbohidratos y proteínas (corriente 3). Esta primera fase orgánica que comprende lípidos y solvente (corriente 4) se somete a la evaporación del solvente obteniendo una segunda fase orgánica que comprende lípidos (corriente 7) y una tercera fase orgánica que comprende solvente (corriente 5) que se recicla a la extracción con solvente. Esta primera fase de suspensión espesa que comprende carbohidratos y proteínas (corriente 3) se somete a licuefacción obteniendo una segunda fase de suspensión espesa que comprende azúcares, proteínas y carbohidratos no convertidos (corriente 6) que se somete a separación obteniendo una fase acuosa que comprende azúcares (corriente 8) (indicada en la Figura 2 como "Aguas azucaradas") y una fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos (corriente 9). Esta fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos (corriente 9) se somete a licuefacción obteniendo una mezcla que incluye una fase oleosa que consta de bioaceite, una fase sólida y una fase acuosa (corriente 12). Durante la licuefacción, también se produce una fase gaseosa (corriente 11) (indicada en la figura 2 como "Fase gaseosa") que comprende CO₂, hidrocarburos gaseosos que tienen de 1 a 4 átomos de carbono, u otros gases, que se pueden separar, por ejemplo, a través de la despresurización del recipiente a presión en el que se lleva a cabo la licuefacción, antes de enviar la mezcla (fase oleosa + fase sólida + fase acuosa) (corriente 12) obtenida después de la licuefacción a la sección de separación de fases, obteniendo bioaceite (corriente 15) y una fase sólida (corriente 14) (indicada en la figura 2 como "Residuo") que comprende cenizas y sustancias inertes y una fase acuosa (corriente 13) que se recicla a la licuefacción. La fase gaseosa obtenida de esta manera (corriente 11) se puede enviar para un tratamiento adicional con el propósito de aprovechar su componente orgánico combustible (no mostrado en la figura 2). Esta segunda fase orgánica que comprende lípidos (corriente 7) se puede enviar a fases de procesamiento posteriores para transformar los lípidos contenidos en la misma, por ejemplo, en biodiésel o diésel verde a través de tratamientos, por ejemplo, esterificación o hidrogenación/desoxigenación (no mostrados en la figura 2). El bioaceite (corriente 15) obtenido de esta manera se puede enviar a etapas de procesamiento posteriores para transformarlo, por ejemplo, en biocombustible a través de tratamientos de hidrogenación o pirólisis catalítica a presión, por ejemplo (no mostrado en la figura 2).

La figura 3 representa una tercera realización del proceso de acuerdo con la presente invención. Con ese propósito, los residuos sólidos municipales (RSU) (corriente 1) se someten a extracción con solvente, a temperatura ambiente, en la presencia de al menos un solvente de bajo punto de ebullición (corriente 2), obteniendo de esta manera una primera fase orgánica que comprende lípidos y solvente (corriente 4), y una primera fase de suspensión espesa que comprende carbohidratos y proteínas (corriente 3). Esta primera fase orgánica que comprende lípidos y solvente (corriente 4) se somete a la evaporación del solvente obteniendo una segunda fase orgánica que comprende lípidos (corriente 7) y una tercera fase orgánica que comprende solvente (corriente 5) que se recicla a la extracción con solvente. Esta primera fase de suspensión espesa que comprende carbohidratos y proteínas (corriente 3) se somete a licuefacción obteniendo una segunda fase de suspensión espesa que comprende azúcares, proteínas y carbohidratos no convertidos (corriente 6) que se somete a separación obteniendo una fase acuosa que comprende azúcares (corriente 8) y una fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos (corriente 9). Esta fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos (corriente 9) se somete a licuefacción obteniendo una mezcla que incluye una fase oleosa que consta de bioaceite, una fase sólida y una fase acuosa (corriente 12). Durante la licuefacción, también se produce una fase gaseosa (corriente 11) (indicada en la figura 3 como "Fase gaseosa") que comprende CO₂, hidrocarburos gaseosos que tienen de 1 a 4 átomos de carbono, u otros gases, que pueden separarse, por ejemplo, a través de la despresurización del recipiente a presión en el que se lleva a cabo la licuefacción, antes de enviar la mezcla (fase oleosa + fase sólida + fase acuosa) (corriente 12) obtenida después de la licuefacción a la sección de separación de fases, obteniendo bioaceite (corriente 15) y una fase sólida (corriente 14) (indicada en la figura 3 como "Residuo") que comprende cenizas y sustancias inertes y una fase acuosa (corriente 13) que se recicla a la licuefacción. La fase gaseosa obtenida de esta manera (corriente 11) se puede enviar para un tratamiento adicional con el propósito de aprovechar su componente orgánico combustible (no mostrado en la figura 3). Esta segunda fase orgánica que comprende lípidos (corriente 7) se puede enviar a fases de procesamiento posteriores para transformar los lípidos contenidos en la misma, por ejemplo, en biodiésel o diésel verde a través de tratamientos, por ejemplo, esterificación o hidrogenación/desoxigenación (no mostrados en la figura 3). El bioaceite

(corriente 15) obtenido de esta manera se puede enviar a etapas de procesamiento posteriores para transformarlo, por ejemplo, en biocombustible a través de tratamientos de hidrogenación o pirólisis catalítica a presión, por ejemplo (no mostrado en la figura 3). Esta fase acuosa que comprende azúcares (corriente 8) se somete a tratamiento biológico (por ejemplo, digestión anaeróbica) obteniendo biogás (corriente 16), agua (corriente 17) y lodo (corriente 18). Esta agua (corriente 17) y lodo (corriente 18) se pueden enviar para tratamientos de purificación adicionales (no mostrados en la figura 3).

Con el propósito de comprender mejor la presente invención y ponerla en práctica, a continuación están algunos ejemplos ilustrativos y no limitantes de la misma.

Ejemplo 1 (comparativo)

Licuefacción de residuos sólidos municipales (RSU) sin extracción con solvente

Se cargó una biomasa (es decir, una muestra de residuos sólidos municipales llamada RSU-4), previamente homogeneizada a través de un molino de corte, en una autoclave con un volumen nominal de 1 litro; la homogeneización permitió obtener un producto de aspecto cremoso con tamaño de partícula menor que 1 mm.

Con propósitos analíticos, una alícuota del material homogeneizado (500 g) se deshidrató a través de secado en un horno de vacío a 60 °C, a fin de determinar el peso seco que era igual a 32,3% en peso. La macrocomposición del material homogeneizado como tal y después de la anhidrificación se muestra en la tabla 1. El análisis de la macrocomposición se realizó a través de la metodología ISTISAN 1996/34 (Instituto Nacional de Salud en Italia), como se especifica a continuación:

- proteínas (N X 6.25) ISTISAN 1996/34, pág. 13;
- humedad: ISTISAN 1996/34, pág. 7, Método B;
- ceniza ISTISAN 1996/34, pág. 77;
- lípidos: ISTISAN 1996/34, pág. 41;
- carbohidratos: calculado para alcanzar un total de 100.

Tabla 1

MSW-4	Lípidos (%)*	Carbohidratos (%)*	Proteínas (%)*	Ceniza (%)*	Agua (%)*	Total (%)*
Como tal	8,9	11,7	7,6	1,6	70,1	100
Anhidro	29,8	39,3	25,5	5,4	0	100

*: % en peso con respecto al peso total del material homogeneizado como tal (Como tal) o con respecto al peso total del material homogeneizado después de la anhidrificación (Anhidro).

Después de cargar 400 g de biomasa homogeneizada, como tal, en la autoclave, se sopló nitrógeno durante 5 minutos para remover el oxígeno presente. A continuación, se presurizó el autoclave con ajuste de nitrógeno 100 Pa (1 bara) (presión absoluta) y, a continuación, se activó la rampa de calentamiento y, a 180 °C, se inició la agitación. Después de alcanzar la temperatura de 310 °C, todo se dejó, bajo agitación, a esta temperatura, durante 1 hora. Posteriormente, el autoclave se dejó enfriar y al alcanzar la temperatura ambiente la fase gaseosa se separó a través de despresurización. Entonces se tomó una alícuota de la fase acuosa como tal (10 ml) con el propósito de someterla a los análisis especificados a continuación: los resultados obtenidos se muestran en la tabla 4. Posteriormente, se vertió acetato de etilo (300 ml) en la autoclave, que se cerró de nuevo: todo se dejó, bajo agitación, a temperatura ambiente, durante 3 horas. Posteriormente, el autoclave se detuvo y la suspensión espesa obtenida se descargó y se filtró en papel (25 micras), para separar la fase sólida (es decir, residuo sólido) de la fase acuosa y de la fase oleosa que contiene bioaceite. El residuo sólido recuperado se lavó en el filtro y entonces se sometió a secado en un horno de vacío, a 60 °C, durante 48 horas. La fase acuosa y la fase oleosa que contiene bioaceite se dejaron desmezclar en un embudo separador, obteniendo: una fase acuosa más pesada y una fase solvente más ligera que contiene bioaceite que, después de la separación de la fase acuosa a través de filtración, se anhidrificó con la adición de sulfato de sodio (Na₂SO₄ - Aldrich), entonces se filtró nuevamente y, después de la evaporación del solvente en el evaporador giratorio, se pesó obteniendo el peso del bioaceite producido. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 2, en términos de % de rendimiento en peso tanto sobre el peso total del material homogeneizado como tal ("Rendimiento con respecto a como tal") como sobre el peso total del componente seco del material homogeneizado obtenido después de la anhidrificación ("Rendimiento con respecto a seco").

Tabla 2

	Bioaceite (%)	Residuo sólido (%)	Fase acuosa (%)*	Fase gaseosa (%)
Rendimiento con respecto a como tal	11,6	6,5	78,1	3,8
Rendimiento con respecto a seco	36,0	20,2	32,1	11,7
*: estimado por diferencia respecto a 100.				

5 Las muestras así obtenidas, es decir, bioaceite, fase acuosa y fase sólida (es decir, residuo sólido) se analizaron utilizando los siguientes métodos analíticos.

Fase acuosa

10 Las cantidades de ácido ligero (ácido fórmico, ácido propiónico, ácido acético, ácido succínico, ácido butírico) se determinaron usando un sistema de cromatografía de intercambio iónico DIONEX BIO LC 4000 proporcionado con:

- PED (Detector electroquímico impulsado);
- columna de cromatografía Ice-AS1 (diámetro: 9 mm, longitud 250 mm);
- AMMS-IEC (Supresor de micromembrana de aniones - Cromatografía de exclusión de iones) con regenerador químico para supresión con hidróxido de tetrabutilamonio 5 mM (TBAOH - Aldrich);
- 15 · bucle de inyección de 50 µl;
- operar con elución isocrática usando ácido heptafluorobutírico 0,4 mM (Aldrich) como el eluyente.

20 Las cantidades de alcoholes (metanol, etanol) se determinaron como sigue. Para ese propósito, una muestra de la fase acuosa se sometió a separación por cromatografía de gases combinada con un sistema de Detector de Ionización de Llama (FID), utilizando una columna de cromatografía de gases capilar de sílice fundida: Supelcowax-10 (30 m x 0,32 mm de DI) en la fase reticulada, con un espesor de fase de 0,5 µm, aplicando las siguientes condiciones de operación:

- 25 · programa de temperatura: temperatura inicial: 40 °C; isoterma durante 5 minutos; incremento de 10 °C/min hasta la temperatura de 200 °C;
- Temperatura de FID: 260°C;
- aire: 400 ml/min;
- hidrógeno: 40 ml/min;
- 30 · inyector: dividido/sin divisiones en modo dividido con 30 ml/min de ventilación dividida y temperatura de 220° C;
- volumen de inyección: 1 µl;
- gas portador: helio 4 ml/min;
- estándar interno: n-decano (Aldrich).

35 Las cantidades de azúcares (glucosa, manosa) se determinaron a través de HPAE (Intercambio aniónico de alto rendimiento) utilizando un sistema de cromatografía Thermo-Scientific Dionex ICS 5000 proporcionado con un PAD (Detector amperométrico impulsado) que permite que se determinen exactamente los azúcares "diana" presentes, también a bajas concentraciones, en muestras acuosas con excelentes relaciones señal/ruido, aplicando las siguientes condiciones de operación:

- 40 · columna analítica: CarboPac PA100 Analítico (2 mm x 250 mm) (Dionex);
- precolumna: Protector CarboPac PA100 (2 mm x 50 mm) (Dionex);
- eluyentes: (A) hidróxido de sodio (NaOH) 100 mM; (B) hidróxido de sodio (NaOH) 200 mM + acetato de sodio 0,6 mM (CH₃COONa);
- 45 · tasa de flujo: 0,250 ml/min;
- modo de inyección: Empujar secuencia completa;
- Temperatura de columna: 30°C;
- detector de conductividad: PED (Detector electroquímico impulsado);
- electrodo de trabajo: oro (Au) sobre politetrafluoroetileno (PTFE - Aldrich).

50 Bioaceite

La caracterización del bioaceite se llevó a cabo utilizando un protocolo analítico desarrollado por la combinación de diversas técnicas. De hecho, el bioaceite tiene una composición compleja, comparable a esa del petróleo crudo,

por lo que su caracterización detallada no es posible con un análisis individual.

Para los principales compuestos presentes en el aceite, ácidos grasos libres y amidas sustituidos de manera diversa con estos ácidos, su cuantificación se determinó a través de cromatografía de gases - espectrometría de masas (GC-MS) utilizando SIM (Monitoreo de iones seleccionados) que permite selectivamente su cuantificación, operando como se describe por Chiaberge S. et al., en "Energy & Fuels" (2013), Vol. 27, pág. 1873-1880.

El contenido de otros compuestos volátiles, tal como alquil-pirrolidonas, dicetopiperazina, alquil-fenoles, ésteres de ácidos de cadena corta, parafinas y olefinas, se estimaron con base en la gráfica obtenida de la cromatografía de gases-espectrometría de masas (GC-MS) mencionada anteriormente.

El contenido de compuestos alquil aromáticos que contienen nitrógeno y oxígeno dentro de las estructuras moleculares se estimó en cambio al relación los datos obtenidos a través de la espectrometría de RMN ^{13}C y los datos obtenidos a través de FTICR-MS (Espectrometría de masas de Resonancia de ciclotrón iónico por transformada de Fourier de alta resolución), operando como se describe por Chiaberge S. et al., en "ChemSusChem" (2013), Vol. 6(1), pág. 160-167.

Residuo sólido

La cantidad de ceniza se determinó de acuerdo con el método estándar de ISTISAN 1996/34 (Instituto Nacional de Salud de Italia), pág. 77.

La tabla 3 muestra la composición del bioaceite obtenido. A partir de los datos mostrados en la tabla 3 se puede deducir que los glicéridos, que constituyen casi la totalidad de la fracción lipídica de los residuos sólidos municipales (RSU) de partida, están casi totalmente hidrolizados, en tanto que los ácidos grasos, que se derivan de la hidrólisis de los glicéridos, forman en gran medida ésteres, amidas, compuestos de cetona y, en menor medida, alcanos después de las reacciones de descarboxilación.

La tabla 4 muestra el componente orgánico presente en la fase acuosa. La suma del carbono derivado de las cantidades de compuestos ácidos y azúcares que se derivan del análisis anterior es igual a 7266 ppm con un valor de TOC (carbono orgánico total), determinado de acuerdo con el método estándar CNR IRSA 5040 Man 29 2003, igual a 38000 ppm: esto destaca que la fase acuosa contiene muchos otros compuestos orgánicos. En este punto, se debe observar que la naturaleza de estos otros compuestos orgánicos, como se indica en la literatura, consta predominantemente de cetonas, aldehídos, alcoholes, alquil-fenoles, heterociclos de nitrógeno, que no son tan fácilmente biodegradables como los compuestos azucarados.

Se encontró que la fase sólida (es decir, residuo sólido) contiene 20% en peso de ceniza sobre el peso total de este residuo y tiene un valor calorífico de 24,5 MJ/kg, lo que indica una pérdida potencial de carbono que en lugar de producir bioaceite conduce a la formación de esta fase sólida (es decir, residuo sólido).

Tabla 3

(%)*	Clases de compuestos
11	Ácidos grasos (-COOH con, en promedio, cadenas de $\text{C}_{16}\text{-C}_{18}$)
3	Amidas de ácidos grasos (-CONH ₂ /-CONHR)
40	Compuestos que contienen al menos un anillo aromático
43	Parafinas y olefinas (promedio, cadenas de C_{16})
	Ésteres etílicos y metílicos de ácidos grasos
	Hidroxiamidas de ácidos grasos (por ejemplo, ácido ricinoleico)
	Varias amidas de ácido no de lípido
	Amidas de ácidos grasos con derivados de pentosa o hexosa
	Amidas de ácidos grasos con aminoácidos no aromáticos (por ejemplo, metionina)
	Compuestos cetónicos en cadenas de $\text{C}_{16}\text{-C}_{18}$
	Alquil cicloalcanos (por ejemplo, alquil-ciclohexanos)
	Alquil ciclopentenonas (alquil: $\text{C}_6\text{-C}_{12}$)
	Esteranos y esteroides
3	Gliceroides y otros

(%)*	Clases de compuestos
*, % en peso con respecto al peso total de bioaceite.	

Tabla 4

Fase acuosa	Formatos	Acetatos	Propionatos	Butiratos	Succinatos	Manitol	Glucosa	Alcoholes	TOC (total)
ppm	92	10218	1175	626	1305	3422	253	494	17585
ppm de carbono	24	4086	571	342	531	1354	100	258	7266

5 Ejemplo 2 (invención)

Extracción de lípidos con solvente o mezcla de solventes [paso (a₂)] de residuos sólidos municipales deshidratados (RSU) y evaporación del solvente [paso (b₁)]

- La tabla 6, la tabla 7 y la tabla 8 muestran los rendimientos de lípidos obtenidos al someter a extracción en la presencia de un solvente o de una mezcla de solventes, tres biomásas diferentes, es decir, tres muestras diferentes de residuos sólidos urbanos (RSU) llamados RSU-1, RSU-2 y RSU-3, previamente homogeneizados como se describe en el ejemplo 1 y posteriormente sometidos a deshidratación como se reporta a continuación: las macrocomposiciones de estas muestras, obtenidas a través del método ISTISAN 1996/34 reportado en el ejemplo 1, se reportan en la tabla 5.

Tabla 5

	Proteínas (%)*	Lípidos (%)*	Carbohidratos (%)*	Ceniza (%)*
MSW-1	35,1	10,5	48	6,4
MSW-2	32	24,2	37,8	6
MSW-3	27,5	44,6	23,6	4,3
*: % en peso con respecto al peso total de la muestra homogeneizada y deshidratada.				

- Con ese propósito, 22,4 g de cada muestra se sometieron a deshidratación a través de un tratamiento térmico suave (50° C) y alto vacío (0,01 mPa (100 mbar)), en un horno de vacío de laboratorio, durante el tiempo requerido para llevar la muestra a un peso constante (10 horas). Posteriormente, las muestras deshidratadas se colocaron en tubos de fondo cónico Falcon de 15 ml, en contacto con el solvente o la mezcla de solventes en una relación de 2 a 1, en términos de volumen de solvente con respecto al volumen de muestra y la extracción se repitió 3 veces. La extracción se llevó a cabo a temperatura ambiente con tiempos de contacto de 8 horas, obteniendo una primera fase orgánica que comprende lípidos y solvente, y una fase sólida deshidratada que comprende carbohidratos y proteínas. Esta fase sólida deshidratada se denominó MSW-1a para la muestra de MSW-1, MSW-2a para la muestra de MSW-2 y MSW-3a para la muestra de MSW-3.

- Los solventes utilizados o las mezclas de solventes utilizados se informan en las siguientes tablas: la mezcla de *n*-hexano (Aldrich)/acetona (Aldrich) es una mezcla de 1/1 (v/v), la mezcla de *n*-hexano (Aldrich)/xileno (Aldrich) es una mezcla de 1/1 (v/v).

- Al final de la extracción, esta primera fase orgánica se sometió a evaporación y el solvente o la mezcla de solventes se evaporó, en un horno de vacío de laboratorio, a una temperatura de 50 °C, a alto vacío (0,01 mPa (100 mbar)) durante el tiempo requerido para llevar el extracto a un peso constante (5 horas). Los lípidos obtenidos se analizaron como se reporta a continuación: La tabla 9, la tabla 10 y la tabla 11 muestran los resultados obtenidos. Como se puede deducir de las tablas 9-11, la composición de lípidos es independiente del tipo de solvente utilizado, pero depende exclusivamente de la muestra de partida. Además, se destaca que la mayoría de los extractos son triglicéridos neutrales (triacilglicéridos) en tanto que una pequeña parte son ácidos grasos libres a diferencia del bioaceite reportado en la tabla 3.

Los lípidos obtenidos se analizaron utilizando los siguientes métodos analíticos.

- Las cantidades de ácidos grasos, de mono-, di- y tri-acilglicéridos presentes en las muestras que se examinaron se llevaron a cabo por estandarización interna después de silanizar la propia muestra usando N,O-bis(trimetilsilil)trifluoroacetamida (BSTFA - Aldrich) como un agente de silanización. Con el propósito mencionado anteriormente, estas cantidades se determinaron a través de cromatografía de gases equipada con un sistema de

Detector de Ionización de Flama (FID), utilizando una columna de cromatografía de gases capilar de sílice fundida: SupelcoPetrocol EX28787 (5 m x 0,53 mm de DI) en la fase reticulada, con un espesor de fase de 0,5 µm, aplicando las siguientes condiciones de operación:

- 5 · programa de temperatura: temperatura inicial: 50 °C; isoterma durante 2 minutos; incremento de 10 °C/min hasta la temperatura de 350 °C;
- Temperatura de FID: 350°C;
- aire: 400 ml/min;
- hidrógeno: 35 ml/min;
- 10 · inyector: dividido/sin divisiones en modo dividido con 30 ml/min de ventilación dividida y temperatura de 220° C;
- volumen de inyección: 1 µl;
- gas portador: helio 5 ml/min;
- estándar interno: n-decano.

15 Tabla 6

	MSW-1
	rendimiento de lípido (%)*
<i>n</i> -hexano	40,46
<i>n</i> -hexano/acetona	40,95
<i>n</i> -hexano/xileno	40,21
diclorometano	40,38

*: % en peso con respecto al peso total de lípidos contenidos en la muestra homogeneizada y deshidratada después de la extracción.

Tabla 7

	MSW-2
	rendimiento de lípido (%)*
<i>n</i> -hexano	24,15
<i>n</i> -hexano/acetona	24,44
<i>n</i> -hexano/xileno	23,89
diclorometano	24,22

*: % en peso con respecto al peso total de lípidos contenidos en la muestra homogeneizada y deshidratada después de la extracción.

20

Tabla 8

MSW-3	
	rendimiento de lípido (%)*
<i>n</i> -hexano	10,44
<i>n</i> -hexano/acetona	10,51
<i>n</i> -hexano/xileno	10,31
diclorometano	10,50

*: % en peso con respecto al peso total de lípidos contenidos en la muestra homogeneizada y deshidratada después de la extracción.

25

Tabla 9

	MSW-1			
	<i>n</i> -hexano (%)*	<i>n</i> -hexano/acetona (%)	<i>n</i> -hexano/xileno (%)*	diclorometano (%)*
C ₁₆	1,29	1,31	1	1,11
C ₁₈	2	1,99	2,12	2,12
monoacilglicéridos	0,24	0,23	0,25	0,23
diacilglicéridos	7,48	7,42	7,51	7,67
triacilglicéridos	86,84	86,94	86,92	86,68
otros	2,15	2,11	2,2	2,19

*: % en peso con respecto al peso total de lípidos obtenidos después de la extracción.

Tabla 10

	MSW-2			
	<i>n</i> -hexano (%)*	<i>n</i> -hexano/acetona (%)*	<i>n</i> -hexano/xileno (%)*	diclorometano (%)*
C ₁₆	1,27	1,28	1,2	1,15
C ₁₈	2	2	2,2	2,1
monoacilglicéridos	0,25	0,24	0,28	0,3
diacilglicéridos	5,49	5,35	5,3	5,22
triacilglicéridos	88,81	88,91	88,9	89,18
otros	2,18	2,22	2,12	2,05

*: % en peso con respecto al peso total de lípidos obtenidos después de la extracción.

5

Tabla 11

	MSW-3			
	<i>n</i> -hexano	<i>n</i> -hexano/acetona	<i>n</i> -hexano/xileno	diclorometano
	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso
C ₁₆	3,99	5,12	4,05	4,49
C ₁₈	14,68	14,08	14,92	15,01
monoacilglicéridos	3,1	2,77	2,99	3,37
diacilglicéridos	2,1	2	2,2	2,19
triacilglicéridos	74,9	74,71	74,74	73,81
otros	1,23	1,33	1,1	1,05

*: % en peso con respecto al peso total de lípidos obtenidos después de la extracción.

Ejemplo 3 (invención)

10

Extracción de lípidos con solvente o mezcla de solventes [paso (a)] de residuos sólidos municipales (RSU) como tal y evaporación del solvente [paso (b)]

15

La extracción de lípidos con una mezcla de *n*-hexano/acetona (1/1, v/v) se llevó a cabo utilizando la misma muestra de residuos sólidos municipales (RSU) llamada RSU-2 como tal (es decir, húmeda, sin someterla a deshidratación como se describe en el ejemplo 2): esta muestra tenía un contenido de agua igual al 67,5% en peso con respecto al peso total de la muestra.

20

Con ese propósito, se colocaron 22 g de la muestra en tubos de fondo cónico Falcon de 50 ml, en contacto con el solvente o la mezcla de solventes en una relación de 2 a 1, en términos de volumen de solvente con respecto al volumen de muestra y la extracción se repitió 3 veces. La extracción se llevó a cabo a temperatura ambiente con tiempos de contacto de 8 horas, obteniendo una primera fase orgánica que comprende lípidos y solvente, y una

primera fase de suspensión espesa que comprende carbohidratos y proteínas.

Al final de la extracción, esta primera fase orgánica se sometió a evaporación y la mezcla de n-hexano (Aldrich)/acetona (Aldrich) se evaporó, a una temperatura de 50 °C, a alto vacío (0,01 mPa (100 mbar)) durante una cantidad de tiempo suficiente para llevar el extracto a un peso constante (5 horas): los lípidos obtenidos se analizaron como se reporta anteriormente.

El rendimiento de lípido obtenido es igual a 24,12%: como se puede ver a partir de la comparación con

La tabla 7 reportada anteriormente, el rendimiento de lípido no varía con respecto a la extracción de lípidos en la muestra deshidratada.

Además, como se puede deducir de la tabla 12, la composición de lípidos tampoco varía ya sea con respecto a la extracción de lípidos en la muestra deshidratada.

Tabla 12

	<i>n</i> -hexano/acetona (%)*
C ₁₆	1,09
C ₁₈	1,98
monoacilgliceroles	0,03
diacilgliceroles	5,84
triacilgliceroles	89,6
otros	1,47
*: % en peso con respecto al peso total de lípidos obtenidos después de la extracción.	

Ejemplo 4

Licuefacción de la fase sólida deshidratada [paso (c₁)] y separación [paso (d₁)]

A la fase sólida deshidratada (MSW-2a) (5,5 g) obtenida después de la extracción de los lípidos reportados en el ejemplo 2, cuya composición, determinada de acuerdo con las metodologías reportadas anteriormente, es la siguiente (% en peso con respecto al peso total de la muestra):

- proteínas: 42,2%;
- carbohidratos: 49,9%;
- cenizas 7,9%;

se adicionó agua en una cantidad tal como para obtener una concentración de agua igual al 64% en peso con respecto al peso total de esta fase sólida deshidratada, obteniendo una primera fase de suspensión espesa. Posteriormente, se adicionó ácido sulfúrico en una cantidad tal como para obtener una concentración de ácido sulfúrico igual a 1% en peso con respecto al peso total de esta primera fase de suspensión espesa, cuya composición, determinada de acuerdo con las metodologías reportadas anteriormente, se reporta en la tabla 13.

Tabla 13

Proteínas (%)*	Carbohidratos (%)*	Ceniza (%)*	Agua (%)*	Ácido (%)*
14,9	17,3	2,8	64,0	1,0
*: % en peso con respecto al peso total de la primera fase de suspensión espesa.				

Posteriormente, todo se sometió a licuefacción, en una autoclave de acero inoxidable de 20 ml, operando a una temperatura de 160 °C, durante un tiempo de 90 minutos, obteniendo una segunda fase de suspensión espesa que comprende azúcares, proteínas y carbohidratos no convertidos.

Esta segunda fase de suspensión espesa se sometió a separación por centrifugación, obteniendo una fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos y una fase acuosa que comprende azúcares.

La tabla 14 muestra la composición de esta fase sólida húmeda, determinada de acuerdo con las metodologías reportadas anteriormente: a partir de los datos reportados, se puede deducir que existe una reducción considerable

en el contenido de carbohidratos con respecto a ese de la fase sólida deshidratada de partida (MSW-2a).

Tabla 14

Proteínas (%)*	Carbohidratos (%)*	Ceniza (%)*
75,0	10,7	14,3
*: % en peso con respecto al peso total de la fase sólida húmeda,		

Ejemplo 5

Licuefacción de la fase sólida húmeda [paso (e)]

A la fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos obtenida en el ejemplo 4, se adicionó agua desmineralizada en una cantidad tal como para obtener una concentración de agua igual al 76% en peso con respecto al peso total de esta fase sólida húmeda obteniendo la muestra llamada MSW-2b.

Posteriormente, esta muestra denominada MSW-2b se sometió a licuefacción en un autoclave de acero inoxidable de 20 ml, operando a 300°C, durante 60 minutos. Al final de la reacción, la fase gaseosa se separó por despresurización de la autoclave, en tanto que la mezcla que comprende una fase oleosa, una fase sólida y una fase acuosa obtenida, se sometió a separación por decantación obteniendo bioaceite, una fase sólida (residuo) y una fase acuosa: los resultados obtenidos se reportan en la tabla 15, en términos de % de rendimiento en peso sobre la fase sólida húmeda total.

Tabla 15

Bioaceite (%)	Residuo (%)	Fase acuosa (%)	Fase gaseosa (%)
10,4	6,5	76,8	6,3

Ejemplo 6

Licuefacción de la fase sólida húmeda (paso (e)) y reciclaje del agua a licuefacción

A la fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos obtenida en el ejemplo 4, se adicionó agua derivada de la licuefacción previa en una cantidad tal como para obtener una concentración de agua igual a 76,3% en peso con respecto al peso total de esta fase sólida húmeda obteniendo la muestra llamada MSW-2c.

Posteriormente, esta muestra denominada MSW-2c se sometió a licuefacción en un autoclave de acero inoxidable de 20 ml, operando a 300°C, durante 60 minutos. Al final de la reacción, la fase gaseosa se separó por despresurización de la autoclave, en tanto que la mezcla que comprende una fase oleosa, una fase sólida y una fase acuosa obtenida, se sometió a separación por decantación obteniendo bioaceite, una fase sólida (residuo) y una fase acuosa: los resultados obtenidos se reportan en la tabla 16, en términos de % de rendimiento en peso sobre la fase sólida húmeda total.

Tabla 16

Bioaceite (%)	Residuo (%)	Fase acuosa (%)	Fase gaseosa (%)
10,5	6,4	76,8	6,3

A partir de la comparación con el ejemplo 5 (tabla 15) se puede deducir que el reciclaje del agua de proceso no provoca ninguna reducción en términos de rendimiento de bioaceite producido.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos a partir de biomasa, esta biomasa que se selecciona de:

- 5 - residuos sólidos municipales que se pueden seleccionar, por ejemplo, de: material orgánico que se deriva de la recolección separada de residuos, material orgánico seleccionado de residuos sólidos municipales mixtos, o mezclas de los mismos; o mezclas de este material orgánico con podas y/o residuos agrícolas;
- lodo primario y biológico producido en plantas de purificación de aguas residuales;
- 10 - residuos y/o desperdicios que se derivan de actividades agrícolas y/o zootécnicas;
- residuos y/o desperdicios que se derivan de la industria agroalimentaria;
- residuos y/o desperdicios que se derivan de procesos agrícolas, forestación y/o silvicultura;
- microalgas y/o macroalgas;
- cianobacterias;

15 o mezclas de los mismos;

que comprende los siguientes pasos:

- (a) someter esta biomasa a extracción, a temperatura ambiente, en la presencia de al menos un solvente de bajo punto de ebullición, obteniendo de esta manera una primera fase orgánica que comprende lípidos y solvente, y una primera fase de suspensión espesa que comprende carbohidratos y proteínas;
- 20 (b) someter la primera fase orgánica obtenida en este paso (a) a evaporación del solvente, obteniendo una segunda fase orgánica que comprende lípidos y una tercera fase orgánica que comprende solvente, que se recicla a este paso (a);
- (c) someter la primera fase de suspensión espesa obtenida en este paso (a) a licuefacción que opera a una temperatura que varía de 100 °C a 200 °C, preferentemente que varía de 110 °C a 180 °C, a una presión mayor que la presión de vapor de agua a la temperatura a la que se lleva a cabo esta licuefacción, durante un tiempo que varía de 30 minutos a 300 minutos, preferentemente que varía de 50 minutos a 270 minutos, obteniendo de esta manera una segunda fase de suspensión espesa que comprende azúcares, proteínas y carbohidratos no convertidos;
- 25 (d) someter la segunda fase de suspensión espesa obtenida en este paso (c) a separación, obteniendo una fase acuosa que comprende azúcares y una fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos no convertidos.

30 2. Proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos de acuerdo con la reivindicación 1, donde este paso de extracción (a) se lleva a cabo durante un período de tiempo que varía de 2 horas a 12 horas, preferentemente que varía de 3 horas a 10 horas.

35 3. Proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, donde el solvente de bajo punto de ebullición utilizado en este paso (a) se selecciona de: hidrocarburos alifáticos tal como *n*-pentano, *n*-hexano, *n*-heptano, *n*-octano, queroseno, o mezclas de los mismos; hidrocarburos aromáticos tal como tolueno, xileno, o mezclas de los mismos; cetonas tal como acetona, metiletilcetona, o mezclas de los mismos; ésteres tal como acetato de etilo, acetato de propilo, o mezclas de los mismos; hidrocarburos halogenados tal como diclorometano, cloroformo, o mezclas de los mismos; o mezclas de los mismos; preferentemente de *n*-hexano, acetona, diclorometano, o mezclas de los mismos; más preferentemente entre mezcla de *n*-hexano, *n*-hexano/acetona (1/1, v/v), mezcla de *n*-hexano/xileno (1/1, v/v), diclorometano.

45 4. Proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde esta biomasa se trata al someterla a un proceso preliminar de homogeneización, molienda o dimensionamiento, antes de someterse a este paso de extracción (a).

50 5. Proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde esta biomasa es húmeda, esta biomasa tiene un contenido de agua mayor o igual a 50% en peso, preferentemente que varía de 55% en peso a 90% en peso, con respecto al peso total de esta biomasa.

6. Proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos a partir de biomasa, esta biomasa que se selecciona de:

- 55 - residuos sólidos municipales que se pueden seleccionar, por ejemplo, de: material orgánico que se deriva de la recolección separada de residuos, material orgánico seleccionado de residuos sólidos municipales mixtos, o mezclas de los mismos; o mezclas de este material orgánico con podas y/o residuos agrícolas;
- lodo primario y biológico producido en plantas de purificación de aguas residuales;
- residuos y/o desperdicios que se derivan de actividades agrícolas y/o zootécnicas;
- residuos y/o desperdicios que se derivan de la industria agroalimentaria;
- 60 - residuos y/o desperdicios que se derivan de procesos agrícolas, forestación y/o silvicultura;
- microalgas y/o macroalgas;
- cianobacterias;
- o mezclas de los mismos;
- que comprende:

65 (a₁) someter esta biomasa a un proceso de secado operando a una temperatura que varía de 30 °C a 60 °C,

- preferentemente que varía de 35 °C a 55 °C, a una presión que varía de 0,005 mPa (50 mbar) a 0,1 mPa (1 bar), preferentemente que varía de 0,008 mPa (80 mbar) a 0,015 mPa (150 mbar), durante un tiempo que varía de 1 hora y 48 horas, preferentemente que varía de 12 horas a 24 horas, obteniendo una biomasa deshidratada;
- 5 (a₂) someter esta biomasa deshidratada a extracción, a temperatura ambiente, en la presencia de al menos un solvente de bajo punto de ebullición, obteniendo de esta manera una primera fase orgánica que comprende lípido y solvente, y una fase deshidratada sólida que comprende carbohidratos y proteínas deshidratadas;
- (b₁) someter la primera fase orgánica obtenida en el paso (a₂) a evaporación del solvente, obteniendo una segunda fase orgánica que comprende lípidos y una tercera fase orgánica que comprende solvente, que se recicla al paso (a₂);
- 10 (c₁) someter la fase sólida deshidratada obtenida en este paso (a₂), después de la adición de agua en una cantidad tal que se obtenga una concentración de agua que varía de 50% en peso a 90% en peso, preferentemente que varía de 60% en peso a 80% en peso, con respecto al peso total de esta fase deshidratada sólida, obteniendo de esta manera una primera fase de suspensión espesa, a licuefacción que funciona a una temperatura que varía de 100 °C a 200 °C, preferentemente que varía de 110 °C a 180 °C, a una presión mayor que la presión de vapor de agua a la temperatura a la que se lleva a cabo esta licuefacción, durante un tiempo que varía de 30 minutos a 300 minutos, preferentemente que
- 15 varía de 50 minutos a 270 minutos, obteniendo de esta manera una segunda fase de suspensión espesa que comprende azúcares, proteínas y carbohidratos no convertidos;
- (d₁) someter la segunda fase de suspensión espesa obtenida en este paso (c₁) a separación, obteniendo una fase acuosa que comprende azúcares y una fase sólida húmeda que comprende proteína y carbohidratos no convertidos.
- 20 7. Proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos de acuerdo con la reivindicación 6, donde este paso de extracción (a₂) se lleva a cabo en las mismas condiciones de operación de acuerdo con las reivindicaciones 2 y 3.
8. Proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos de acuerdo con la reivindicación 6 o 7, donde esta biomasa se trata al someterla a un proceso de homogeneización, molienda o dimensionamiento preliminar, antes de someterse a este paso de secado (a₁).
- 25 9. Proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde este paso de evaporación (b) y este paso de evaporación (b₁) se llevan a cabo a una temperatura que varía de 30 °C a 60 °C, preferentemente que varía de 35 °C a 55 °C, a una presión que varía de 0,005 mPa (50 mbar) a 0,1 mPa (1 bar), preferentemente que varía de 0,008 mPa (80 mbar) a 0,015 mPa (150 mbar), durante un tiempo que varía de 1 hora a 48 horas, preferentemente que varía de 12 horas a 24 horas.
- 30 10. Proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde este paso de licuefacción (c) y este paso de licuefacción (c₁) se llevan a cabo en la presencia de al menos un ácido inorgánico tal como ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, o mezclas de los mismos; este ácido inorgánico se adiciona preferentemente a esta primera fase de suspensión espesa obtenida en este paso de extracción (a) o a esta primera fase de suspensión espesa obtenida después de la adición de agua a esta fase sólida deshidratada obtenida en el paso de extracción (a₂), en una cantidad que varía de 0,5% en peso a 2% en peso, preferentemente que varía de 0,8% en peso a 1,5% en peso, con respecto al peso total de esta primera fase de suspensión
- 35 espesa.
11. Proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde este proceso comprende someter la fase sólida húmeda que comprende proteína y carbohidratos no convertidos obtenidos en el paso de separación (d) o en el paso de separación (d₁) a deshidratación.
- 40 12. Proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde este proceso comprende (e) someter la fase sólida húmeda que comprende proteínas y carbohidratos obtenidos en el paso de separación (d) o en el paso de separación (d₁) a licuefacción a una temperatura que varía de 220 °C a 350 °C, preferentemente que varía de 230 °C a 320 °C, aún más preferentemente que varía de 240 °C a 310 °C, a una presión mayor que la presión de vapor de agua a la temperatura a la que se lleva a cabo esta licuefacción durante un tiempo que varía de 30 minutos a 300 minutos, preferentemente que varía de 50 minutos a 270 minutos, obteniendo una mezcla que incluye una fase oleosa que consta de bioaceite, una fase sólida (es decir, residuo), una fase acuosa y una fase gaseosa compuesta, principalmente, de dióxido de carbono (CO₂).
- 45 13. Proceso para producir lípidos y otros compuestos orgánicos de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde este proceso comprende (f) someter la fase acuosa que comprende azúcares obtenidos en este paso de separación (d) o en este paso de separación (d₁) a tratamiento biológico, preferentemente a digestión anaeróbica, obteniendo biogás, agua y lodo.
- 50 55

DIBUJOS

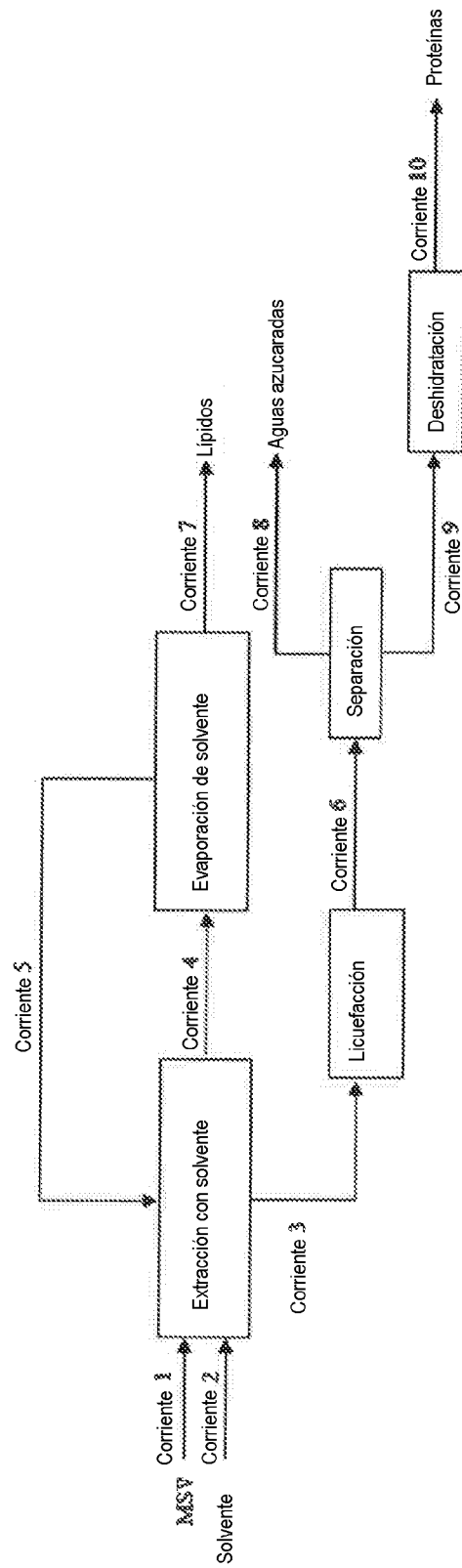


FIGURA 1

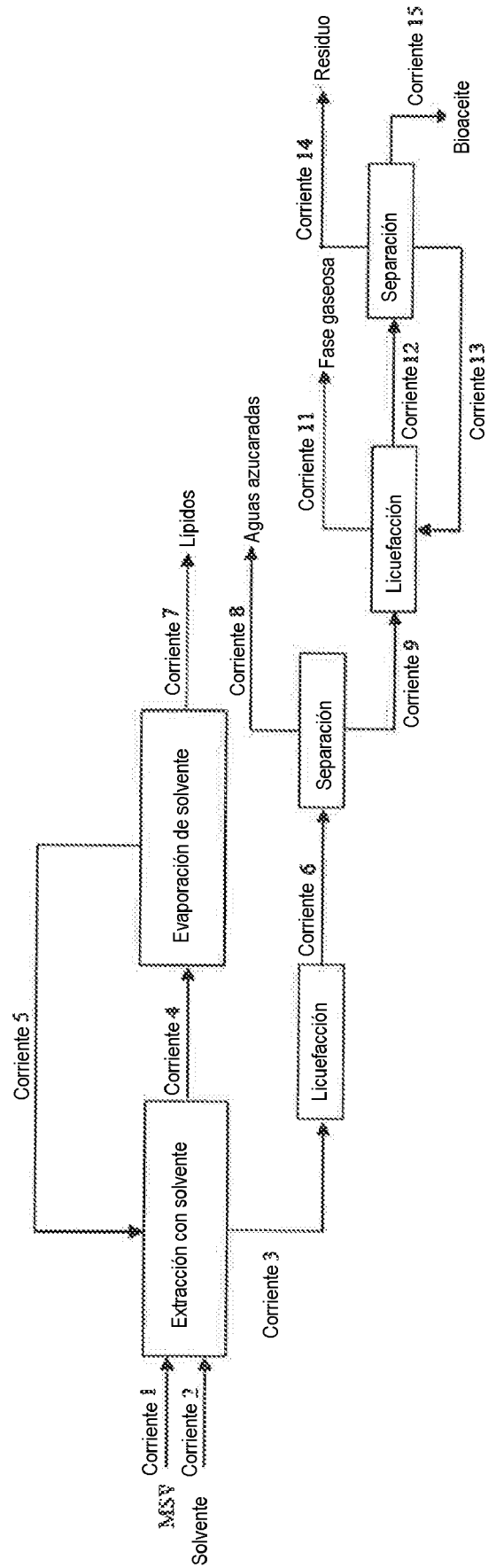


FIGURA 2

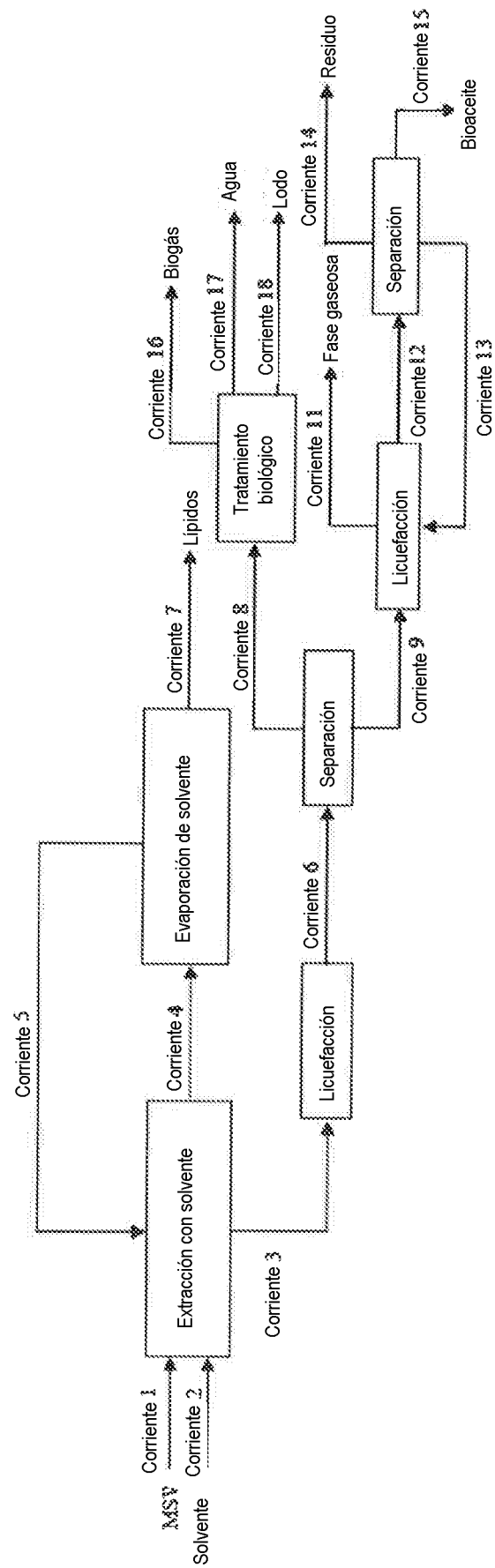


FIGURA 3